

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-193271

(43) 公開日 平成8年(1996)7月30日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 2 3 C 16/50

16/44

J

C 2 3 F 4/00

A

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/ 302

N

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平7-4467

(22) 出願日

平成7年(1995)1月13日

(71) 出願人 000227294

アネルバ株式会社

東京都府中市四谷5丁目8番1号

(72) 発明者 土居 悟史

東京都府中市四谷5丁目8番1号 日電ア

ネルバ株式会社内

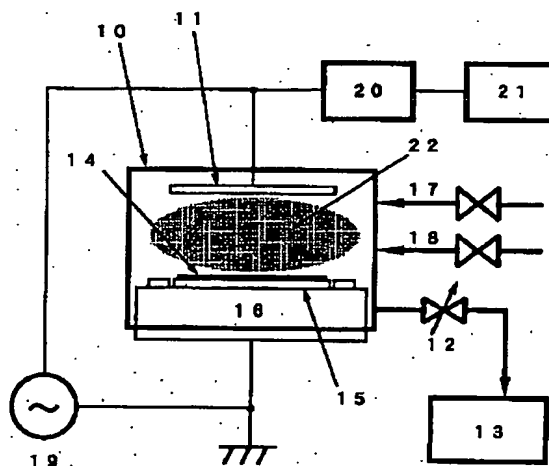
(74) 代理人 弁理士 鈴木 正次

(54) 【発明の名称】 その場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置および完了点検出法

(57) 【要約】

【目的】 「その場クリーニング」処理で残留する活性化学種をクリーニング処理後の成膜に害を与えないように、的確に除去できる、その場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置および完了点検出法を提供することを目的としている。

【構成】 反応室10と、高周波電極11と、高周波電源19と、薄膜作成用のガス供給ライン17と、「その場クリーニング」用のガス供給ライン18と、「その場クリーニング」の後に行なわれる予備的処理の際に、放電回路の特性値を検出する検出器20と、検出器20の出力に対する監視手段を具備している。反応室10に対して、「その場クリーニング」をした後予備的処理をする場合、ガス供給ライン18を通して「その場クリーニング」の為のガスを導入して、活性化学種で反応室10内を「その場クリーニング」した後、反応室10内で予備的処理を行い残留する活性化学種を除去する。予備的処理中、放電回路の特性値を測定し、測定値の変化がほぼ一定の状態に移行する時点を予備的処理の完了点とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 減圧可能に構成された反応室と、この反応室内に設けられた高周波電極と、この高周波電極に高周波電力を印加する手段と、前記反応室内へ薄膜作成用のガスを導入する手段と、前記反応室内をその場クリーニングする為のガスを導入する手段とを具備したプラズマCVD装置に対し、前記その場クリーニングの後に行なわれる予備的処理の際に、前記高周波電極および高周波電力を印加する手段を介して構成される放電回路の特性値を検出する手段と、この特性値測定手段の出力に対する監視手段とを更に設けたことを特徴とするその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置。

【請求項2】 放電回路の特性値を検出する手段は、自己バイアス電圧、高周波電極電圧又は放電インピーダンスの少なくとも1つの測定回路とした請求項1記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置。

【請求項3】 請求項1記載の装置の反応室内をその場クリーニングした後予備的処理を行い、予備的処理の完了点を検出する方法であって、

(1) 反応室内をその場クリーニングする為のガスを導入する手段を介して反応室内へガスを導入し、活性な化学種を生成して、反応室内をその場クリーニングした後、

(2) 反応室内で予備的処理を行い、

この予備的処理を、放電回路の特性値を測定する手段の出力を監視し乍ら行い、出力が一定の状態に移行する時点で、予備的処理を終了することを特徴とするその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法。

【請求項4】 その場クリーニングする為のガスを三フッ化窒素とする請求項3記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法。

【請求項5】 予備的処理は、水素化ケイ素ガスの放電処理、または水素化ケイ素ガスとその他のガスとの混合ガスによる放電処理とする請求項4記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法。

【請求項6】 放電回路の特性値は自己バイアス電圧、高周波電極電圧又は放電インピーダンスの少なくとも1つの値とする請求項3記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、プラズマCVD装置に係り、更に詳しくは、その場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置および完了点検出法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 液晶ディスプレイ用薄膜トランジスタ(TFT)や半導体装置の製造工程では、非晶質ケイ素(a-Si)、窒化ケイ素、酸化ケイ素あるいは酸化窒化ケイ素等のケイ素化合物薄膜作成にプラズマCVD法が用いられる。プラズマCVD法により基板に薄膜を作

成する装置、即ちプラズマCVD装置では、基板以外の電極および反応室内壁にも、前記ケイ素化合物の薄膜や重合物が付着する。付着したケイ素化合物は、薄膜の作成を繰り返す行うに従って膜厚が増加し、ある膜厚に達すると、反応室の内壁から剥離して塵埃となる。この塵埃は基板上に付着すると、基板に形成される薄膜中の欠陥の原因となり、装置で製造される製品の歩留まりを劣化させる。このため、従来のプラズマCVD装置では、反応室の内壁に付着したケイ素化合物が剥離する膜厚に達する前に、反応室の内壁や電極に付着したケイ素化合物を除去する必要がある。

【0003】 プラズマCVD装置では、反応室内において減圧下で薄膜を作成するので、反応室内を大気開放することなく、また短時間でケイ素化合物を除去することが望ましく、そのためには「その場クリーニング」処理を行うのが最も有効である。この「その場クリーニング」は、活性な化学種を生成するような放電プラズマを利用して、反応室の内壁や電極に付着したケイ素化合物を除去する技術(いわゆる、プラズマクリーニング)であり、歩留まりや、装置稼働率が重要となる量産用プラズマCVD装置等で広く用いられている。

【0004】 反応室内を活性な化学種で「その場クリーニング」すると、内壁や電極に付着したケイ素化合物の除去と同時に、活性化学種が反応室の内壁等へ吸着し、残留する。クリーニング処理直後の活性化学種が残留する反応室内で、そのまま次の薄膜作成を試みても、薄膜が全く形成されなかったり、成膜速度が低下したり、薄膜の特性が極めて劣化したり、あるいはクリーニング処理前の薄膜特性を再現しなくなることが判っている。そのため、「その場クリーニング」の処理後には、残留する前記活性化学種を反応室内から除去することが必要になる。

【0005】 残留する活性化学種を除去するために、様々な方法が考案されている。特に有効なのは、「その場クリーニング」処理完了後、薄膜作成の再開前に、反応室内で水素化ケイ素ガスまたは水素化ケイ素ガスと他のガスとの混合ガスで放電を生起させる処理(予備的処理)を行って、再開する薄膜作成に有害な活性化学種を無害な化学種へと変えてしまう方法である。「その場クリーニング」処理にともなって反応室内に残留する活性化学種は、水素化ケイ素や水素等のような、薄膜作成用ガスの放電プラズマから生成する化学種と著しく反応するため、予備的処理によって活性化学種をほぼ完全に除去することができる。

【0006】 前記予備的処理の時間は、完了点を直接検出する方法が無かったので、各装置で蓄積されたデータから経験的に決定され、そのような時間で予備的処理を完了させていた。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 前記のように、従来

は、予備的処理の完了点を経験的に決定していたので、常に的確な処理が反応室内で施されているかどうかについての確証が無い問題点があった。

【0008】過剰な処理時間は、量産装置としてのスルーputを低下させ、またクリーニングにより清浄化された反応室の内壁等を、予備的処理の段階で再び汚染してしまうものであった。逆に、不十分な処理時間では、「その場クリーニング」で残留する活性化学種が完全に除去できず、予備的処理の後の薄膜作成において、薄膜特性が劣っていたり、クリーニング処理前の薄膜特性を再現しないことになる。

【0009】本発明の目的は、「その場クリーニング」処理で残留する活性化学種が、クリーニング処理後の成膜に害を与えないように的確な予備的処理完了点を見出すことができる。その場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置および完了点検出法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決する為の手段】前記の目的を達成した本発明は、活性化学種で「その場クリーニング」処理をした後の予備的処理において、処理室内でプラズマを生成させる為の放電回路の特性値（自己バイアス電圧、高周波電極電圧、放電インピーダンス等）の変化から、予備的処理の完了点を決定するようにしたものである。

【0011】予備的処理としてケイ素を含むガスで放電をするような場合に、プラズマCVD装置の処理室内に設置した高周波電極の、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスを測定すると、予備的処理の時間経過とともに、これらの値は変化する。これらの値は、予備的処理開始直後の急激な変化から、次第に緩やかな変化となり、そしてある時間以降ほぼ一定となる。高周波電極の、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスが変化する時間領域で作成された薄膜は、クリーニング処理前の成膜速度や薄膜特性を再現しない。逆に、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスが一定となる時間領域において作成された薄膜は、クリーニング処理前の成膜速度や薄膜特性を再現する。発明者らは、予備的処理における、高周波電極の、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンス変化を測定することで、予備的処理の完了点を的確に検出できることを見出した。

【0012】予備的処理を開始すると、まづはじめに残留する活性化学種が存在している高周波電極表面に誘電体（ケイ素化合物）が形成され始める。何も付着していない電極表面へ誘電体が形成されると、放電インピーダンスが急激に変化し、それにともなって自己バイアス電圧や電極電圧の値もまた同時に変化する。この急激な変化の時間領域では、処理室内で放電プラズマが届きやすい電極領域に残留している活性化学種は除去されている。但し、放電プラズマが届きにくく予備的処理の効果

が少ない反応室の内壁等に、まだ大量の活性化学種が残っている。

【0013】自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスは、急激な変化の後、緩やかな変化となる。この緩やかな変化は、反応室の内壁等のようなプラズマの届きにくい領域の活性化学種が除去され、放電インピーダンスが変化することに起因する。内壁表面に対する予備的処理が不十分なこの時間領域では、まだ完全に薄膜特性を再現し得る状態にはない。

【0014】上記、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスの緩やかな変化の後、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスはほぼ一定となる。自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスがほとんど変化しなくなる時間領域は、活性な残留物が反応室内から完全に除去され、放電プラズマ中の反応機構がクリーニング前の状態に戻っていることを示す。この時間領域で作成された薄膜は、クリーニング処理前の薄膜特性を再現し、予備的処理が完了していることを示す。この自己バイアス電圧、電極電圧、放電インピーダンス等の放電回路の特性値がほぼ一定となる時点を予備的処理の完了点とするのである。

【0015】即ち、請求項1の発明は減圧可能に構成された反応室と、この反応室内に設けられた高周波電極と、この高周波電極に高周波電力を印加する手段と、前記反応室内へ薄膜作成用のガスを導入する手段と、前記反応室内をその場クリーニングする為のガスを導入する手段とを具備したプラズマCVD装置に対し、前記その場クリーニングの後に行なわれる予備的処理の際に、前記高周波電極および高周波電力を印加する手段を介して構成される放電回路の特性値を検出する手段と、この特性値測定手段の出力に対する監視手段とを更に設けたことを特徴とするその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置である。

【0016】請求項2の発明は放電回路の特性値を検出する手段は、自己バイアス電圧、高周波電極電圧又は放電インピーダンスの少くとも1つの測定回路とした請求項1記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出装置である。

【0017】請求項3の発明は請求項1記載の装置の反応室内をその場クリーニングした後予備的処理を行い、予備的処理の完了点を検出する方法であって、(1)反応室内をその場クリーニングする為のガスを導入する手段を介して反応室内へガスを導入し、活性な化学種を生成して、反応室内をその場クリーニングした後、(2)反応室内で予備的処理を行い、この予備的処理を、放電回路の特性値を測定する手段の出力を監視しながら行い、出力が一定の状態に移行する時点で、予備的処理を終了することを特徴とするその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法である。

【0018】請求項4の発明はその場クリーニングする

5

為のガスを三フッ化窒素とする請求項3記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法である。

【0019】請求項5の発明は予備的処理を水素化ケイ素を含むガスによる放電処理とする請求項4記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法である。

【0020】請求項6の発明は放電回路の特性値は自己バイアス電圧、高周波電極電圧又は放電インピーダンスの少くとも1つの値とする請求項3記載のその場クリーニング処理後の予備的処理完了点検出法である。

【0021】

【作用】本発明によって、処理室のその場クリーニング処理の後の予備的処理の完了点を的確に検出することができる。

【0022】

【実施例】以下、本発明の実施例を図1乃至図5を用いて説明する。

【0023】図1は実施例の構成図であって、反応室10は減圧可能な真空容器で、反応室10の内側上部に高周波電極（例えば円盤状）11が設置されている。反応室10内は圧力調整弁12を通して真空ポンプ13で排気できるようになっている。薄膜作成の対象である基板（例えばガラス基板）14は、基板搬送用トレイ15に載せ、この基板搬送用トレイ15を、反応室10の底部に設置したホルダー16にセットする。基板14はホルダー16を介して反応室10の外部より内部へ、或いは内部より外部へ搬送されるものである。

【0024】薄膜作成用のガスを導入する為の手段であるガス供給ライン17と、「その場クリーニング」処理用のガスを導入する為の手段であるガス供給ライン18が、反応室10の側壁に接続しており、必要なガスを反応室10内に導くと共に、圧力調整弁12を調整して、反応室10内を所定の圧力（減圧）の導入ガス雰囲気とできるようにしてある。

【0025】高周波電極11と基板14の対向間隙で生成させる放電プラズマ22は高周波電源19から高周波電極11とホルダー16間に高周波電力を印加して発生させる。放電時の高周波電極11の自己バイアス電圧、電極電圧或いは放電インピーダンス等の放電回路の特性値を検出する手段として計器用変成器と濾波回路からなる検出器20が放電回路に接続しており、検出器20の出力に、特性値を解析し、予備的処理の完了点を検出する監視手段21が接続してある。

【0026】図2は前記検出器20の回路図の例で（a）は特性値として自己バイアス電圧を検出する場合、（b）は電極電圧を検出する場合、（c）は放電インピーダンスを検出する場合のものである。（a）の自己バイアス電圧を検出する検出器20は、抵抗分割回路23と、平滑回路24と、電圧検出手段25で構成される。（b）の電極電圧を検出する検出器20は、コンデ

6

ンサ分割回路26と、平滑回路27と、電圧検出手段28で構成される。また（c）の放電インピーダンスを検出する検出器20は、電流プローブ29と、電圧プローブ30と、デジタイザ31と、コンピュータによるインピーダンス演算手段32で構成される。

【0027】監視手段21は、図2（a）、（b）、

（c）に示した検出器20の電圧検出手段25、28又はインピーダンス演算手段32の出力を受け、微分処理などによって出力の変化を監視する回路やプログラムで構成される。何れの場合も、検出器20の出力が一定の状態に移行する時点で、監視手段21が動作して信号が得られるようになっている。

【0028】図3は、反応室10内に三フッ化窒素をガス供給ライン18を通して導入し、プラズマを生成させて反応室10内を「その場クリーニング処理」した後、予備的処理としてモノシラン・水素混合ガス放電処理を行う場合の自己バイアス電圧の変化および電極電圧の変化である。自己バイアス電圧、電極電圧、両者とも、予備的処理開始直後の時間 $t_0 \sim t_1$ において先ず急激に変化する。次に時間 $t_1 \sim t_2$ において緩やかな変化となり、そして $t_2$ 以降ほぼ一定となる。自己バイアス電圧、電極電圧の変化がほぼ一定になり始める時間 $t_2$ を、予備的処理の完了点 $t_{END}$ とする。

【0029】放電インピーダンスもまた、自己バイアス電圧や電極電圧同様、急激な変化から、緩やかな変化、そしてほぼ一定となる変化を示し、変化がほぼ一定になり始める時間をもって予備的処理の完了点を検出する。

【0030】図4は、三フッ化窒素を用いたプラズマによる「その場クリーニング」処理後に作成される非晶質ケイ素（a-Si）薄膜の電気伝導度特性が、a-Siの成膜とともにクリーニング処理前の状態へ回復する様子を示したものである。横軸はa-Si累積成膜時間、縦軸は暗伝導度および光伝導度を示す。○、△印は、一連の実験における暗伝導度および光伝導度の変化、●、▲印は、「その場クリーニング」処理直後の反応室内へ約60秒間の予備的処理を施してから薄膜を作成した場合の暗伝導度および光伝導度である。横軸方向の誤差線はそれぞれの薄膜作成に要した時間範囲、縦軸方向の誤差線は測定された各伝導度値の標準偏差である。また、○、△印で示した前者一連の実験において、各薄膜作成時に検出された高周波電極の自己バイアス電圧の変化を同時に示す。各薄膜作成毎に自己バイアス値が若干シフトするのは、各薄膜作成時の高周波電力設定誤差によるものである。

【0031】a-Si累積成膜時間0～5分で作成された薄膜のように、薄膜作成時に急激な自己バイアス電圧の変化をともないながら形成された薄膜の電気伝導度は、「その場クリーニング」処理前の電気伝導度を再現しない。一方、a-Si累積成膜時間5分以降のように、自己バイアス電圧がほぼ一定になる時間領域で作成

7

された薄膜の電気伝導度は、「その場クリーニング」処理前の値を再現している。

【0032】測定点●、▲では、約60秒間の予備的処理を行っており、薄膜作成時に $t_0 \sim t_1$ のような急激な自己バイアス変化をともしないが、薄膜作成の初期段階において $t_1 \sim t_2$ のような自己バイアスが緩やかに変化する領域を含むため、クリーニング処理前の電気伝導度を完全には再現しない。

【0033】図4は、本発明の、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスを用いた、予備的処理の完了点検出法が、完了点検出法として妥当であることを示している。

【0034】図5(a)は、予備的処理工程制御の一例をフローチャートで示したものである。まず、「その場クリーニング」処理の完了した反応室内に予備的処理用ガスを導入する。次に、高周波電力を供給して予備的処理を開始し、その際、高周波電極の自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンス等の放電の特性値を検出器20で検出する。検出された値は監視手段21で図5(b)に示したような微分解析等の数値解析を行ない、変化がほぼ一定になり始める時点を見出して、予備的処理の完了点検出される。完了点検出された時点で高周波電源を停止し、予備的処理用ガスを停止して、予備的処理工程を終了させる。

【0035】以上、上記図1乃至図5の実施例により、高周波電極の自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスを用いて、予備的処理完了点を的確に検出する装置、および、自己バイアス電圧、電極電圧、あるいは放電インピーダンスを検出して的確な予備的処理完了点を検出する方法を実現できる。

【0036】なお、本発明は、次のような場合にも適用される。

(1) 図1の、基板搬送用トレイ15がないようなトレイレスのプラズマCVD装置。

(2) 予備的処理として、モノシラン・水素混合ガス以外のガスを用いて放電処理を行う場合。例えばモノシランとアルゴンとの混合ガスを用いた放電処理の完了点検出にも本発明が適用できる。

(3) 三フッ化塩素等のガスでは、放電プラズマなしで活性な化学種が生成され、反応室10の内壁に付着したケイ素化合物を除去できる。このようなプラズマレスでの「その場クリーニング」処理を行うような場合についても、その後の予備的処理の完了点を検出することができる。

(4) 放電回路の特性値の検出は自己バイアス電圧、電極電圧或いは放電インピーダンスのうちの少くとも一つ

8

の特性値の検出で良いが、二つ又は三つを同時に検出して総合的に判断するようにしても良い。

【0037】

【発明の効果】本発明によれば、「その場クリーニング」で残留する活性化学種を過不足なく除去できるので、装置の稼働率を向上し、製品のスループットを増大できると共に、繰り返し行なわれる薄膜形成の薄膜特性に再現性があり、一定の品質の製品を量産できる効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例の構成図である。

【図2】同じく実施例の検出器の回路図の例で、(a)は自己バイアス電圧を検出するようにした図、(b)は電極電圧を検出するようにした図、(c)は放電インピーダンスを検出するようにした図である。

【図3】三フッ化窒素での「その場クリーニング」処理後、予備的処理の一例としてモノシラン・水素ガス放電処理をした場合の自己バイアス電圧および電極電圧の変化を示した図である。

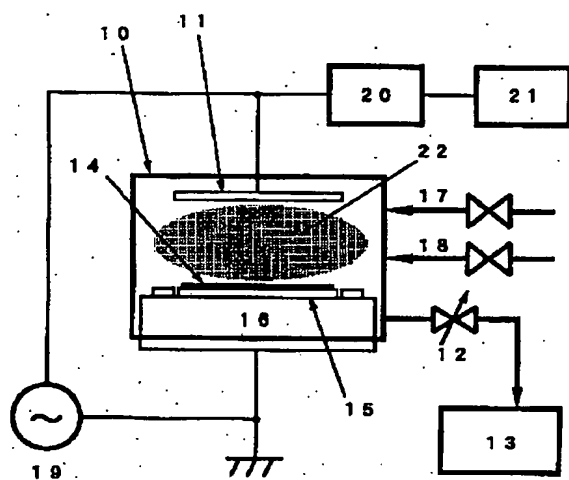
【図4】「その場クリーニング」処理後の、予備的処理時間に対する電気伝導度、光伝導度および自己バイアス電圧の変化を示した図である。

【図5】(a)は予備的処理工程のフローチャート、(b)は自己バイアス電圧の変化を微分解析したグラフである。

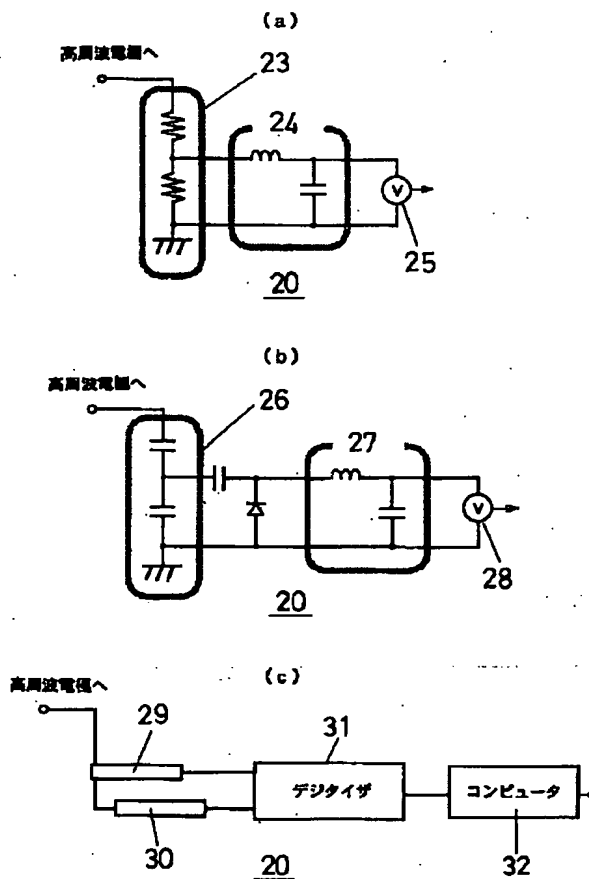
【符号の説明】

- 10 反応室
- 11 高周波電極
- 12 圧力調整弁
- 13 真空ポンプ
- 14 基板
- 15 トレイ
- 16 ホルダー
- 17、18 ガス供給ライン
- 19 高周波電源
- 20 検出器
- 21 監視手段
- 22 放電プラズマ
- 23 抵抗分割回路
- 24、27 平滑回路
- 25、28 電圧検出手段
- 26 コンデンサ分割回路
- 29 電流プローブ
- 30 電圧プローブ
- 31 デジタイザ
- 32 インピーダンス演算手段

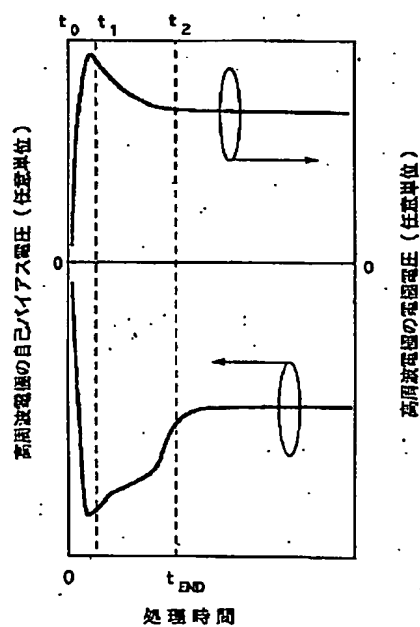
【図1】



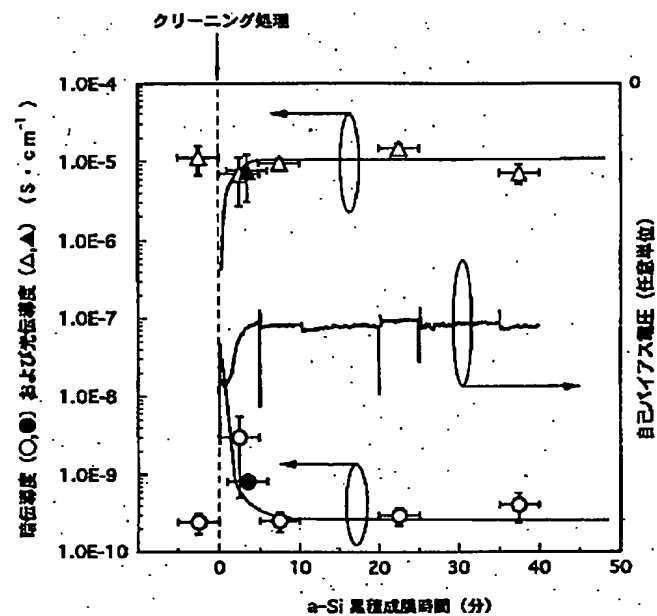
【図2】



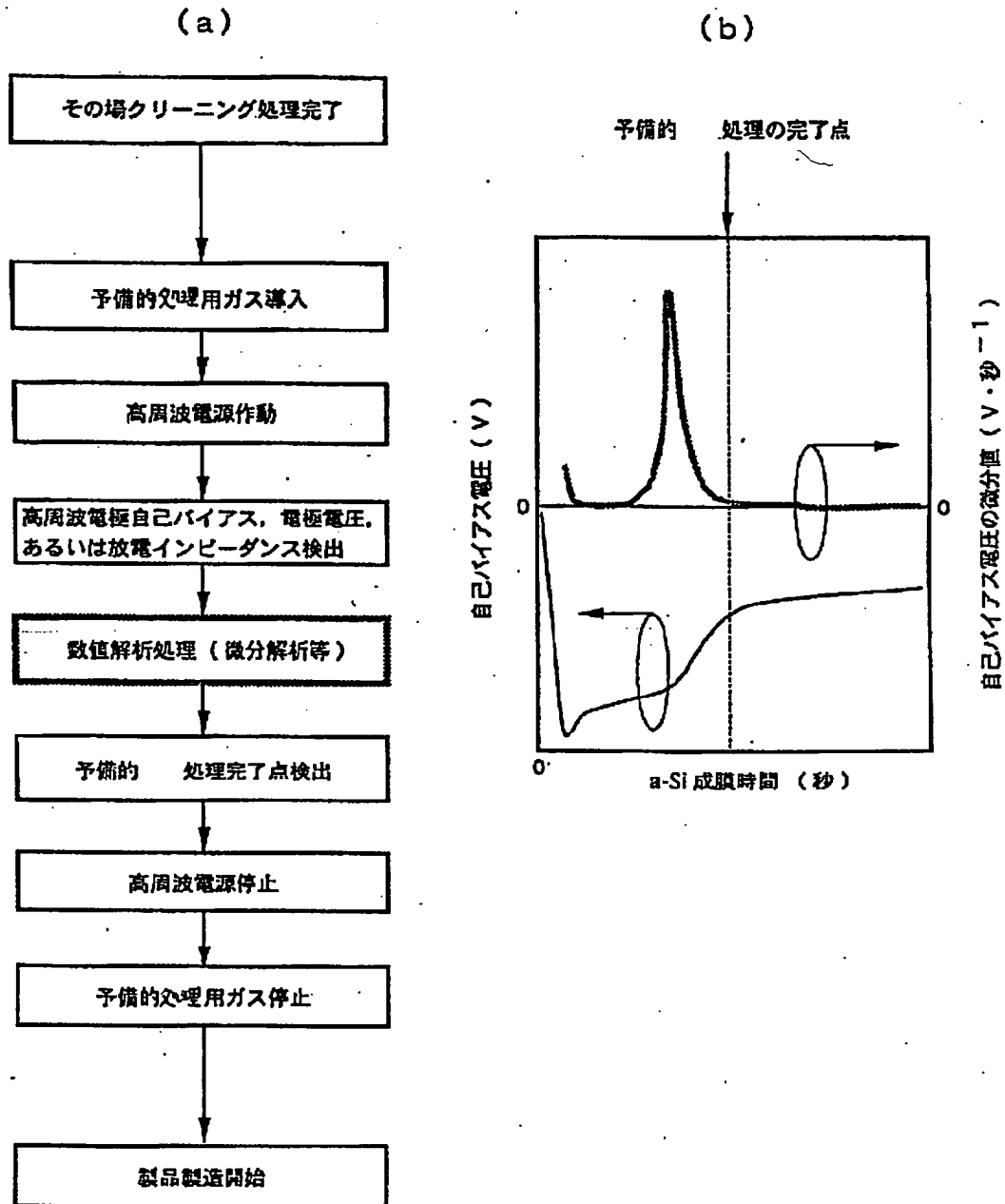
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

H 0 1 L 21/3065

21/31

H 0 5 H 1/46

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C

A 9216-2G

## Family list

4 application(s) for: JP8193271 (A)

- 1 PRELIMINARY TREATMENT COMPLETION POINT DETECTOR  
AFTER ON-THE-SPOT CLEANING TREATMENT AND  
COMPLETION POINT DETECTION**  
Inventor: DOI SATOSHI                      Applicant: ANERUBA KK  
EC: C23C16/44A6; H01J37/32D1C1              IPC: H05H1/46; C23C16/44; C23C16/50; (+19)  
Publication info: JP8193271 (A) — 1996-07-30
- 2 END POINT DETECTING APPARATUS AND METHOD FOR  
PRELIMINARY TREATMENT**  
Inventor: TOI SATOSI [JP]                      Applicant: ANELVA CORP [JP]  
EC: C23C16/44A6; H01J37/32D1C1              IPC: H05H1/46; C23C16/44; C23C16/50; (+13)  
Publication info: KR100242938 (B1) — 2000-03-02
- 3 Apparatus and method for detecting end point of post  
treatment**  
Inventor: DOI SATOSHI [JP]                      Applicant: ANELVA CORP [JP]  
EC: C23C16/44A6; H01J37/32D1C1              IPC: H05H1/46; C23C16/44; C23C16/50; (+15)  
Publication info: US5830310 (A) — 1998-11-03
- 4 Apparatus and method for detecting end point of post  
treatment**  
Inventor: DOI SATOSHI [JP]                      Applicant: ANELVA CORP [JP]  
EC: C23C16/44A6                      IPC: C23C16/44; C23C16/44; (IPC1-7): H05H1/00; (+2)  
Publication info: US5900161 (A) — 1999-05-04

---

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide